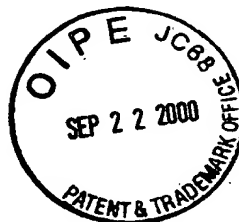


IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant: Takayuki OMURA et al.

Title: HIGH INTERNAL AQUEOUS
PHASE WATER-IN-OIL TYPE
EMULSION COSMETIC
COMPOSITION



Appl. No.: 09/597,543

Filing Date: 06/19/2000

Examiner: Unassigned

Art Unit: 1615

RECEIVED

SEP 27 2000

TECH CENTER 1600/2600

CLAIM FOR CONVENTION PRIORITY

Assistant Commissioner for Patents
Washington, D.C. 20231

Sir:

The benefit of the filing date of the following prior foreign applications filed in the following foreign country is hereby requested, and the right of priority provided in 35 U.S.C. § 119 is hereby claimed.

In support of this claim, filed herewith is a certified copy of said original foreign application:

Japanese Patent Application No. 11-173509 filed June 21, 1999; and

Japanese Patent Application No. 2000-029805 filed February 7, 2000.

Please direct all correspondence to the undersigned attorney or agent at the address indicated below.

Respectfully submitted,

Date 9/22/00

FOLEY & LARDNER
Washington Harbour
3000 K Street, N.W., Suite 500
Washington, D.C. 20007-5109
Telephone: (202) 672-5571
Facsimile: (202) 672-5399

By 

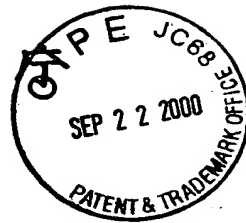
Harold C. Wegner
Attorney for Applicant
Registration No. 25,258

RECEIVED

SEP 27 2000

TECH CENTER 1600/2900

日本国特許
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT



928597543
44
RECEIVED

SEP 27 2000

TECH CENTER 1600/2900

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日

Date of Application:

2000年 2月 7日

出願番号

Application Number:

特願2000-029805

出願人

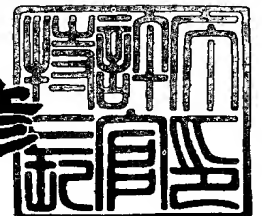
Applicant (s):

株式会社資生堂

2000年 6月23日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

近藤隆彦



出証番号 出証特2000-3048358

【書類名】 特許願

【整理番号】 99436SW120

【提出日】 平成12年 2月 7日

【あて先】 特許庁長官 近藤 隆彦 殿

【国際特許分類】 A61K 7/00

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市港北区新羽町 1 0 5 0 番地 株式会社資
生堂第一リサーチセンター内

【氏名】 大村 孝之

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市港北区新羽町 1 0 5 0 番地 株式会社資
生堂第一リサーチセンター内

【氏名】 難波 富幸

【特許出願人】

【識別番号】 000001959

【氏名又は名称】 株式会社 資生堂

【代理人】

【識別番号】 100108741

【弁理士】

【氏名又は名称】 渡邊 順之

【電話番号】 03(3226)5975

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 048563

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9910592

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

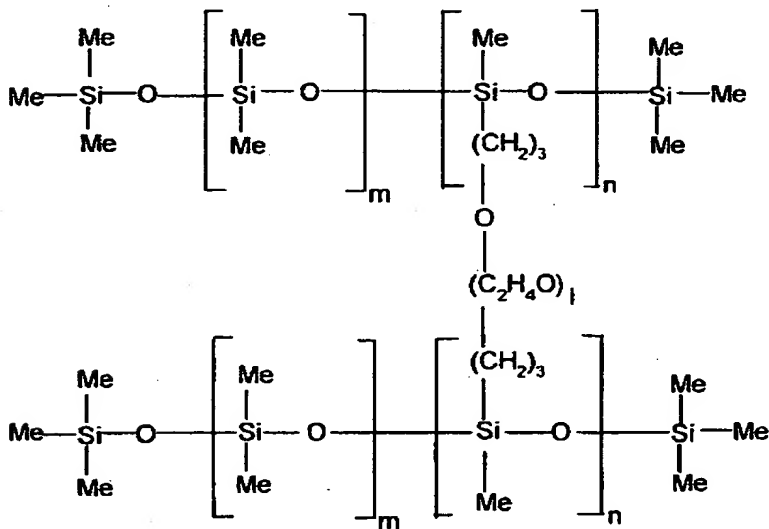
【発明の名称】 高内水相油中水型乳化化粧料

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 0.1～10.0重量%の下記成分（A）と、下記成分（B）とを含有し、かつ水相成分の含有量が50重量%以上であることを特徴とする高内水相油中水型乳化化粧料。

（A）下記構造式（I）の架橋型ポリエーテル変性シリコンの1種又は2種以上。[ただし、下記構造式（I）において、 l は3～20、 m は10～200、 n は1.0～10.0である。]

【化 1】

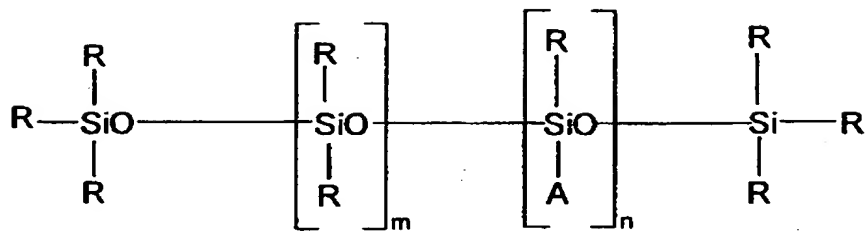


構造式（I）

（B）下記構造式（II）のポリエーテル変性シリコンの1種又は2種以上。

[ただし、式中Aは一般式： $-\text{C}_3\text{H}_6\text{O}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_a(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_b\text{R}'$ （式中、 R' は水素原子、アシル基及び炭素数1～4のアルキル基からなる群から選択される基であり、また、 a は5～50であり、 b は5～50である。）で示されるポリオキシアルキレン基である。 R はメチル基又はフェニル基であり、また、 m は301～1000であり、 n は1～40である。]

【化 2】



構造式(II)

【請求項 2】 構造式 (I) の架橋型ポリエーテル変性シリコーンは、シリコーン油と剪断力下で混練処理されたペースト状ポリエーテル変性シリコーン組成物とされたものであり、かつその組成物における架橋型ポリエーテル変性シリコーンとシリコーン油との比が 100 重量部：10～1000 重量部である請求項 1 記載の高内水相油中水型乳化化粧料。

【請求項 3】

成分 (B) の含有量が 0.01～5.0 重量%である請求項 1 又は 2 記載の高内水相油中水型乳化化粧料。

【請求項 4】

水相成分の含有量が 60.0 重量%以上である請求項 1 ないし 3 のいずれか 1 項に記載の高内水相油中水型乳化化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、使用性及び安定性に優れた、特に転相感に優れた高内水相油中水型乳化化粧料に関する。より詳しくは、使用性に優れ、すなわち毛髪あるいは皮膚に塗布した際に、瞬時に転相し、水のあふれ出し感に優れ、毛髪あるいは皮膚に潤いを与え、しっとりし、かつべたつきがなく、しかも安定性、すなわち経時的安定性に優れると共に物理的な刺激に対する安定性にも優れた、水相成分の含有量が 50.0 重量%以上である高内水相油中水型乳化化粧料に関する。

【0002】

【従来の技術】

このような連続相の油中に水を分散した油中水型（W/O型）の乳化化粧料を形成するには一般に乳化剤が使用されており、かかる乳化剤としては、従来グリセリン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル等の多価アルコール脂肪酸エステル系活性剤あるいはポリオキシアルキレン変性オルガノシロキサン系活性剤が一般に使用されてきた。

【0003】

しかしながら、一般に水が組成物中に50重量%以上含有される高内水相型のW/O型乳化物では、低温においては、水滴の凝集によって連続相である油相の分離が生じやすく、また逆に高温においては、水滴の合一により粒子が増大して沈降し、上層部が油分のみとなる油相分離が生じやすい。そのため、このような温度による不安定性を改良するために多量のワックスを配合して粘稠性を高めることも既に提案されてはいるものの、それも高温における安定性という点では完全なものではなく、不充分であった。また、W/O型乳化物は、外相が油分であることから皮膚の保護や柔軟性の付与等の利点を有する反面、使用時のべたつき、伸びの重さ、硬さなどの使用性には問題があった。

【0004】

このような使用性及び安定性の問題を改善するには、高い内水相比で、皮膚や毛髪に塗布した際に、塗布と同時に瞬時に乳化粒子が壊れ、内相の水があふれ出し、かつ経時安定性の良好なものが求められるが、従来からW/O型乳化剤として用いられてきた多価アルコール脂肪酸エステル系活性剤やポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン系活性剤では、高内水相型のW/O型乳化化粧料を調製することは可能ではあるものの経時安定性の面での問題は解消できないのが現状である。

【0005】

そのような中において、本発明で使用する前記構造式（I）の架橋型ポリエーテル変性シリコーンについてそれとシリコーン油とを剪断力下で処理されたペースト状ポリエーテル変性シリコーン組成物が最近開発され、その組成物を使用して経時安定性及び使用感に優れた油中水型乳化組成物を製造する技術も既に提案

されている。さらに、その油中水型乳化組成物について、使用性を更に向上せしめるために多量の水分を配合した組成物も提案され、その際に経時安定性を損なうことがないように無水ケイ酸あるいは疎水シリカを含有せしめることも既に提案されている（特開平6-40847号公報）。

【0006】

この油中水型乳化組成物については、先の性質、すなわち前記使用性及び安定性に加えて連続的製造等のために必要とされるパイプ移送時の安定性あるいは繰返し押出し使用する時の安定性を持つことが望ましいが、それを確認するための振動テストあるいはチューブのもみテストなどの物理的な刺激を与えると、これら提案の方法により製造された組成物によっても、乳化が壊れ、内相の水相成分が出てしまうという欠点を有していた。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

本発明者も、高内水相油中水型乳化化粧料の研究開発を行っており、このような実情の下において、前記した架橋型ポリエーテル変性シリコーンあるいはペースト状ポリエーテル変性シリコーン組成物の特性に着目し、それらを使用して使用性に優れ、すなわち毛髪あるいは皮膚に塗布した際に、瞬時に転相し、水のあふれ出し感に優れ、かつ安定性、特に経時的安定性に加え、チューブもみテスト等の物理的刺激に対する安定性にも優れた高内水相油中水型乳化化粧料の製造を試みた。

【0008】

その結果、前記した架橋型ポリエーテル変性シリコーンあるいはペースト状ポリエーテル変性シリコーン組成物を配合すると共に、前記した特定のポリエーテル変性シリコーンを配合することにより、毛髪あるいは皮膚に塗布した際に、瞬時に転相し、水のあふれ出し感に優れ、毛髪あるいは皮膚に潤いを与え、しっとりし、かつべたつきがなく、しかも経時安定性と共に物理的刺激に対する安定性にも優れた、高内水相油中水型乳化化粧料を製造することができることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0009】

したがって、本発明は、使用性に優れ、すなわち、毛髪あるいは皮膚に塗布した際に、瞬時に転相し、水のおふれ出し感に優れ、毛髪あるいは皮膚に潤いを与え、しっとりし、かつべたつきがなく、しかも、経時安定性に優れると共に、特にチューブもみテスト等の物理的刺激を加えた際の安定性にも優れた高内水相油中水型乳化化粧料を提供することを目的とするものである。

【 0 0 1 0 】

なお、特開平 3 - 7 9 6 6 9 号公報には、本発明に用いられる架橋型ポリエーテル変性シリコーンと前記構造式 (II) における $m = 5 \sim 300$ の低重合品とを併用する具体例が記載されているが、その低重合品は、本発明で使用する前記構造式 (II) における $m = 301 \sim 1000$ のポリエーテル変性シリコーンより重合度が低く、本発明で使用する範囲外のものであり、その場合には、安定性には優れるものの、水のおふれ出し感、すなわち、転相感において、十分なものではない。

【 0 0 1 1 】

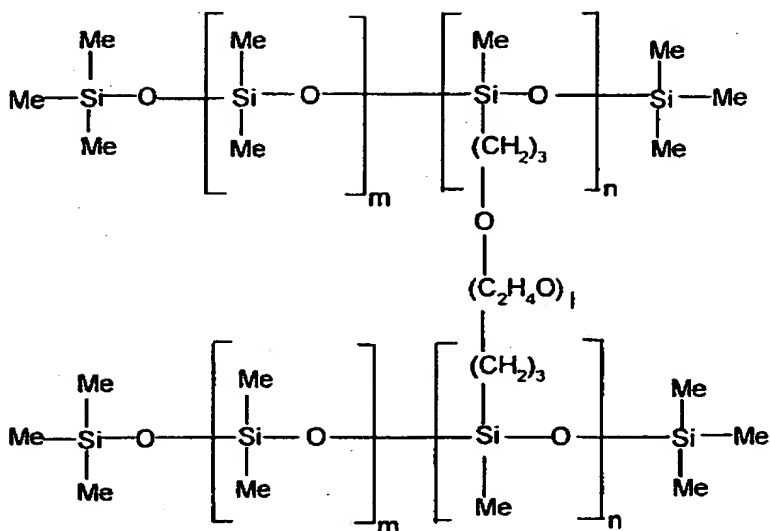
【課題を解決するための手段】

本発明の使用性及び安定性に優れた高内水相油中水型乳化化粧料は、前記したとおりの実情の下に開発されたものであり、その化粧料は、0.1～10.0重量%の下記の成分(A)と、下記成分(B)とを含有し、かつ50.0重量%以上の水相成分を含有することを特徴とするものである。

(A) 下記構造式(I)の架橋型ポリエーテル変性シリコーンの1種又は2種以上。[ただし、式(I)中、 l は3～20、 m は10～200、 n は1.0から10.0である]

【 0 0 1 2 】

【化 3】



構造式 (I)

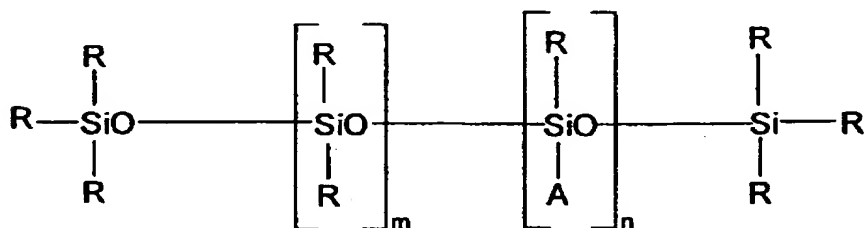
【0013】

(B) 下記構造式 (II) のポリエーテル変性シリコーンの 1 種又は 2 種以上。

〔ただし、式 (II) 中、A は一般式： $-\text{C}_3\text{H}_6\text{O}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_a(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_b\text{R}'$ (式中、 R' は水素原子、アシル基及び炭素数 1～4 のアルキル基からなる群から選択される基であり、また、 a は 5～50 であり、 b は 5～50 である。) で示されるポリオキシアルキレン基である。 R はメチル基又はフェニル基であり、また、 m は 301～1000 であり、 n は 1～40 である。〕

【0014】

【化 4】



構造式 (II)

【0015】

そして、本発明では、かかる組成を採用することにより、毛髪あるいは皮膚に塗布した際に、瞬時に転相し、水のあふれ出し感に優れ、皮膚や毛髪に潤いを与え、しっとりし、かつべたつきがなく、しかも経時安定性も良好であるという卓越した特性を有する高内水相油中水型乳化化粧料を提供することができるものである。なお、転相とは、クリームが水になるという転相感であり、それは使用感の面において、べたつきの低減、皮膚あるいは毛髪への潤いの付与等の点から油中水型乳化化粧料の設計に当たっては、有用な項目の一つである。

【0016】

また、ここにおける経時安定性に加えて物理的刺激に対する安定性とは、高温あるいは低温時等の特殊温度下に置かれた際に問題とされる従来における乳化組成物の安定性のみでなく、チューブもみテスト等の物理的刺激を加えた際の安定性を意味し、本発明はかかる両安定性に優れた高内水相油中水型乳化化粧料を提供することを目的とするものである。

【0017】

【発明の実施形態】

以下において、本発明の高内水相油中水型乳化化粧料の実施の形態について具体的に説明するが、本発明はそれによって何等限定されるものではなく、特許請求の範囲によって把握されるものであることは勿論である。

本発明の高内水相油中水型乳化化粧料とは、水相成分の含有量が全成分中の50.0重量%以上であり、その水相成分が連続相の油相成分に分散した油中水型(W/O型)の乳化化粧料をいう。

【0018】

その化粧料の具体的形態(剤形)としては、例えば、乳液、スキนครリーム、ヘアクリーム、リキッドファンデーション、アイライナー、マスカラ、アイシャドウ等の乳液状あるいはクリーム状の製品があるが、本発明の化粧料はこれら例示されたものに制限されるというのではなく、前記した油中水型乳化化粧料である限り本発明の化粧料に該当する。

【0019】

本発明で使用する架橋型ポリエーテル変性シリコーンは、メチルヒドロジェンポリシロキサンを両末端のジアリルポリエーテルで架橋した高分子であり、その製造は、例えば特開平4-272932号公報あるいは特開平5-140320号公報等に記載されている方法で行うことができ、本発明でもそれにより製造したものを使用できるし、市販されているものを使用してもよい。

【0020】

この架橋型ポリエーテル変性シリコーンは、予めシリコーン油と剪断力下で混練処理されたペースト状ポリエーテル変性シリコーン組成物とされたものを使用するのが好ましいが、架橋型ポリエーテル変性シリコーンとシリコーン油等を化粧料成分として配合してもかまわない。例えば、架橋型ポリエーテル変性シリコーン油とシリコーン油等とを、更に場合によっては、その他の化粧料成分をも配合した後に混練処理することも可能である。

【0021】

この構造式(I)の架橋型ポリエーテル変性シリコーンを本発明で使用するに当たっては、 l は3~20が好ましい。この範囲を逸脱する3未満では、架橋型ポリエーテル変性シリコーンとシリコーン油とを剪断力下で混練処理して得られたペースト状組成物が水の乳化性に乏しく、20を越えると、シリコーン油への膨潤性が充分でなくなり、好ましくない。また、 m は10~200が好ましく、10未満では、シリコーン油に対して、充分に膨潤せず、200を越えると、シリコーン油と剪断力下で混練処理して得られたペースト状ポリエーテル変性シリコーン組成物が水の乳化性に乏しくなる。

【0022】

さらに、 n は1.0~10.0が好ましく、1.0より小さいと、3次元構造体の形成ができず、シリコーン油と混練処理してもペースト状物とならず、水の乳化性にも劣るものとなる。逆に、10を越えると、3次元構造体の架橋密度が高くなり過ぎるため、シリコーン油と混練処理してもシリコーン油を保持できず、安定なペースト状物とならず、好ましくない。

【0023】

本発明において、架橋型ポリエーテル変性シリコーンと混練処理するシリコー

ン油については、特に制限されるものではなく、直鎖状あるいは分岐状のいずれであってもよく、各種のシリコーン油が使用可能であるが、25℃における粘度が100 mPa・s以下である低粘度シリコーン油が好ましく使用できる。

【0024】

使用可能な具体的シリコーン油としては、メチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、エチルポリシロキサン、エチルメチルポリシロキサン、エチルフェニルポリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン等の環状ジメチルポリシロキサン等が挙げられ、これらを単独あるいは2種以上混合して使用してもよい。

【0025】

本発明における架橋型ポリエーテル変性シリコーンとシリコーン油との配合比率については、架橋型ポリエーテル変性シリコーン100重量部に対して、シリコーン油10～1000重量部がよく、好ましくは20～500重量部がよい。架橋型ポリエーテル変性シリコーンの量が前記範囲より少ないと、安定で良好なゲル構造を維持できず、逆に前記範囲を越えると、肌上で重さを感じ（すなわち、塗付時の適性な伸び性の欠如）あるいは使用性（使用感）等が悪化するため好ましくない。

【0026】

本発明において使用する架橋型ポリエーテル変性シリコーンの化粧料への配合量については、化粧料全量に対し、0.1～10.0重量%で配合するのがよい。その範囲を逸脱する0.1重量%未満では、内相50.0重量%以上の水相成分を乳化できず、また逆に10.0重量%を越えて配合すると、伸びが悪く、使用感も重くなり、好ましくない。

【0027】

その架橋型ポリエーテル変性シリコーンをペースト状ポリエーテル変性シリコーン組成物として配合する場合には、その配合量は、その中の架橋型ポリエーテル変性シリコーンの配合量が前記範囲になるように選択するのがよい。なお、ペースト状ポリエーテル変性シリコーン組成物を形成する際等に使用する混練処理を剪断力下で行う装置については、特に制限されるものではなく、通常使用され

るものが使用でき、それには例えば3本ロールミルが好ましく使用できる。

【0028】

本発明の乳化化粧料においては、前記した必須成分のほかに通常乳化化粧料に配合される油剤を油相の均一性を損なわない範囲で勿論配合することができる。それには、前記成分(A)以外に天然動・植物油、合成油のいずれも使用可能である。この油剤としては、具体的には流動パラフィン、スクワラン等の液状、ペースト状もしくは固形状の炭化水素、ワックス、高級脂肪酸、高級アルコール、エステル、グリセライド、シリコン系油剤等が挙げられる。

【0029】

また、その乳化化粧料においては、前記油相成分は化粧料中に化粧料全量に対して10重量%～50重量%未満の範囲で配合される。10重量%未満では、化粧料を油中水型にすることが困難であり、50重量%以上配合すると、内相の水が少なくなり過ぎ、使用感の面で潤い感に欠け好ましくない。なお、該W/O型の乳化化粧料中の「O」に該当する成分としては、その化粧中に含有される天然動・植物油、合成油等のすべての油性成分があり、本発明における必須成分である架橋型ポリエーテル変性シリコン組成物及び常温で液体のジエステル、トリエステル等も「O」に該当する油相成分ということになる。

【0030】

本発明の高内水相油中水型乳化化粧料に油相成分と共に配合される水等の水相成分、すなわち「W」については、水、エタノール及び増粘剤等の水溶性化合物が該当するものである。この水相成分の配合量については、本発明では化粧料全量に対して50重量%～90重量%未満の範囲で配合する。その配合量は水そのもので60重量%以上がよく、このようにすることにより潤い感を付与でき、好ましい。水相成分が50重量%未満の配合量では、水を入れた特徴が出にくく、潤い感に欠ける。逆に、90重量%以上配合すると、油中水型にすることが困難となる。

【0031】

次に、本発明の乳化化粧料におけるもう1つの必須成分である成分(B)のポリエーテル変性シリコンについて言及する。

本発明に用いられるポリエーテル変性シリコーンは、上記構造式 (II) で表されるものであり、一種又は二種以上が用いられる。

【0032】

前記構造式 (II) における R' で表記されるアシル基としては、具体的には、ホルミル基、アセチル基、プロピオニル基、ブチリル基、アクリロイル基、ベンゾイル基、トルオイル基等が例示され、炭素数 1～4 のアルキル基として、具体的には、メチル基、エチル基、i-プロピル基、n-プロピル基、t-ブチル基、n-ブチル基等が例示される。

【0033】

前記した構造式 (II) のポリオキシアルキレン基において、a または b が 5 未満である場合には、ポリエーテル変性シリコーンが十分な界面活性効果を示さなくなり、逆に 50 を越える場合には、得られた組成物がべたつき感を有するようになる。その構造式 (II) で表記される分子（すなわち構造式 (II) で表記されるポリエーテル変性シリコーン）中におけるポリオキシアルキレン基の含有率は特に限定されることはないが、ポリオキシアルキレン基の含有量が全分子量中 20 重量% を越えるものが望ましい。これは、ポリオキシアルキレン基の含有量が 20 重量% 以下の場合には、ポリエーテル変性シリコーンの乳化性が著しく低下するためである。

【0034】

また、m は 301～1000 であり、n は 1～40 である。これは、m が 300 以下であり、n が 1 未満である場合には、乳化安定性に乏しく、また、m が 50 を越え、300 以下で、n が 1～40 の場合には、逆に、乳化安定性が良好になり過ぎ、本発明の特徴である転相感が得られない。また、m が 1000 を越え、n が 40 を越える場合には、得られた組成物にべたつき感を生じるようになるからである。また、m : n は 200 : 1～5 : 1 であることが好ましく、60 : 1～15 : 1 であることが特に好ましい。

【0035】

本発明に用いられるポリエーテル変性シリコーンの分子量及び 25℃ における粘度は特に限定されるものではないが、安定性のあるエマルジョンを形成し、さ

らさら感を有することから、ポリエーテル変性シリコーンをオクタメチルトetraシロキサン又はイソパラフィンの50重量%溶液とした時の粘度が1000～100000mPa・sの範囲にあることが特に望ましい。

【0036】

本発明に用いられるポリエーテル変性シリコーンの配合量は、0.01～5.0重量%未満であり、より好ましくは0.05～3.0重量%である。それは、本発明の組成物において、ポリエーテル変性シリコーンの配合量が0.01重量%未満であると、安定な乳化が難しく振動テストあるいはチューブ製品のもみテストで乳化が壊れる。すなわち、量産時におけるパイプ移送の際の安定性あるいは繰返し押出使用する際の安定性が期待できなくなる。逆に、5.0重量%を越えると、乳化安定性が良好になりすぎ、本発明の特徴であるクリームが水になる転相感が失われ、組成物がべたつき感を生じるようになるためである。

【0037】

本発明の乳化化粧品においては、前記した必須成分のほかに、更に通常乳化化粧品に配合される水性成分及び油性成分は勿論含有することができ、それには例えば保湿剤、防腐剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、美容成分、香料、保香剤、増粘剤、着色顔料、光揮性顔料、有機粉体、疎水化処理顔料、タール色素等があり、それらを本発明の効果を損なわない範囲で配合することができる。

【0038】

本発明の高内水相油中水型乳化化粧料の具体的形態（剤形）としては、前記したとおり、乳液、スキนครリーム、ヘアクリーム、リキッドファンデーション、アイライナー、マスカラ、アイシャドウ等の乳液状あるいはクリーム状の製品があり、これら製品の製造は、前記した必須成分及びそれら化粧料に通常配合される成分を合わせて使用し、常法により行うことができる。

【0039】

【実施例】

以下に本発明の複数の実施例及び比較例を示すが、本発明はこれら実施例及び比較例により限定されるものではなく、特許請求の範囲により特定されるものであることはいうまでもないことである。

【0040】

[実施例1～4及び比較例1～5]

高内水相油中水型乳化スキンクリームに関し、本発明に該当する組成の実施例1～4と、本発明に該当しない組成の比較例1～5のものを製造し、得られた各スキンクリームについて安定性試験及び女性専門パネル（10名）による実使用試験を行い、性能を評価した。

【0041】

その安定性試験は、50℃、1ヶ月放置後の外観による観察及び樹脂製チューブに詰め、その後もみテスト（1分間に20回チューブをもむ装置により、30分間もみを繰り返す）をした後に外観による観察を行い安定性の確認を行う。また実使用試験は、使用時、その好みを下記評価基準にしたがって判定した。

その試験に使用した実施例および比較例のスキンクリームの組成及び試験結果は、表1に示すとおりである。なお、各成分の配合量はすべて重量%で表記してある。

【0042】

【表 1】

	実施例				比較例				
	1	2	3	4	1	2	3	4	5
(1) ジメチルシリロキサン(10mPa・s)	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
(2) スクワレン	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
(3) ペースト状メチル変性シリコン組成物	1.0	5.0	0.5	8.0	5.0	12.0	5.0	5.0	5.0
(4) メチル変性シリコン (Ⅲ) の組成物	0.1	0.5	3.0	0.01	—	0.001	—	—	—
(5) メチル変性シリコン (Ⅳ) の組成物	—	—	—	—	—	—	0.5	—	—
(6) メチル変性シリコン (Ⅴ) の組成物	—	—	—	—	—	—	—	0.5	—
(7) メチル変性シリコン (Ⅵ) の組成物	—	—	—	—	—	—	—	—	0.5
(8) 水分交換水	72.7	68.3	70.3	65.79	68.8	68.799	68.3	68.3	68.3
(9) イタノール	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
(10) ゲルミン酸ナトリウム	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
(11) パラベン	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
試験結果									
安定性 (50℃, 1M後)	○	○	○	○	○	○	○	○	△
安定性 (チューブもみテスト)	○	○	○	○	×	○	○	○	△
使用性 (転相感)	○	○	○	○	○	×	×	○	○
使用性 (べたつき感)	○	○	○	○	○	△	○	×	○

【0043】

この性能試験における評価基準は以下のとおりである。

[安定性の評価基準]

- ：分離が全くみられない
 - △：分離がほとんどみられない
 - ×
- ×：液相（油相又は水相）の分離が生じた。

【0044】

[使用性の評価基準（皮膚に塗布して使用）]

＜水のあふれ出し感（転相感）＞

- ：瞬時に転相すると判定
- △：転相すると判定

×：転相感は感じられないと判定。

【0045】

〈使用感〉

○：7名以上が潤いがあり、しっとりとし、べたつかず使用感良好と判定

△：3名以上7名未満が、潤いがあり、しっとりとし、べたつかず使用感良好と判定

×：2名以下が潤いがあり、しっとりとし、べたつかず使用感良好と判定

【0046】

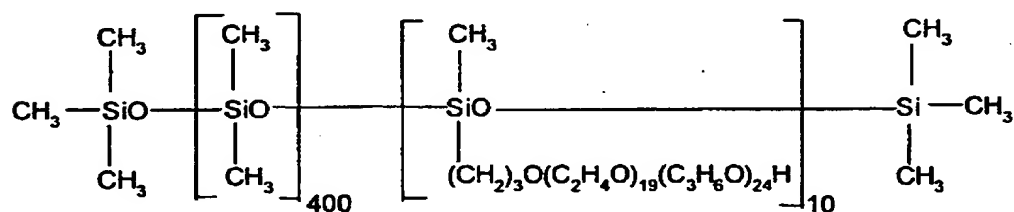
この試験で使用したペースト状ポリエーテル変性シリコーン組成物は、以下のとおりのものである。すなわち、それは架橋型ポリエーテル変性シリコーンに関し、前記した構造式（I）中における l 、 m 、 n がそれぞれ $l=5\sim15$ 、 $m=20\sim100$ 、 $n=1, 2\sim5$ のものを使用し、この変性シリコーン100重量部と、粘度 $6\text{ mPa}\cdot\text{s}$ のメチルポリシロキサン400重量部とを剪断力下で混練処理してペースト状としたものである。

【0047】

また、この試験で使用したポリエーテル変性シリコーン組成物は、下記構造式（III）～（VI）でそれぞれ表記されるデカメチルシクロペンタシロキサン50%溶液である。

【0048】

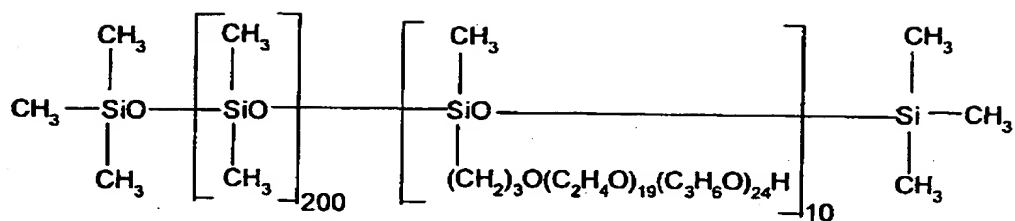
【化5】



構造式（III）

【0049】

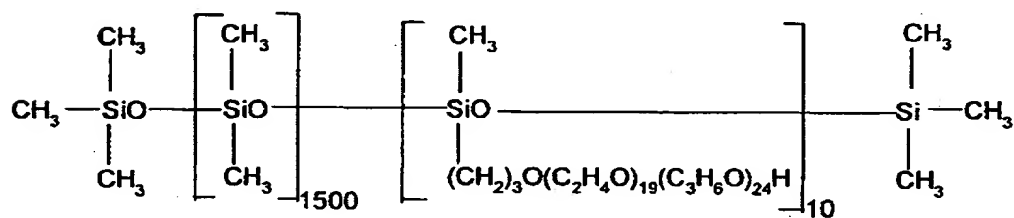
【化 6】



構造式 (IV)

【0050】

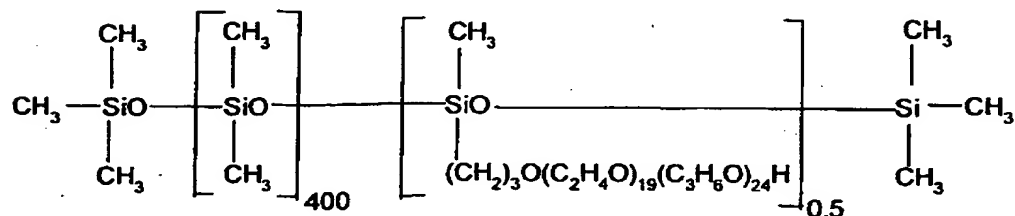
【化 7】



構造式 (V)

【0051】

【化 8】



構造式 (VI)

【0052】

この性能試験に使用した実施例 1～4 及び比較例 1～5 のスキンクリームの製法は、以下のとおりである。

【実施例 1～4 及び比較例 1～5 のスキンクリームの製法】

(1)～(7) を混合して油液を形成し、この混合油液を高速攪拌機（ディス

パー)で攪拌しながら、それに室温にて(8)～(11)の水相を徐々に添加して目的のW/O型乳化スキンクリームを得た。

【0053】

[性能試験結果]

前記した性能試験結果は以下のとおりであり、実施例1～4のスキンクリームについては、使用性及び安定性が良好である。すなわち、皮膚に塗布した際に、瞬時に転相し、水のあふれ出し感に優れ、毛髪に潤いを与え、しっとりし、かつべたつきがなかった。また安定性については50℃で1月保管後における油水分離が不発生というだけでなく、チューブもみテストの結果も良好であり、その結果は、量産時のパイプ移送の際の油水分離回避性及び繰返し押出使用時の安定性も期待できることを示している。

【0054】

そして、比較例のスキンクリームについては、安定性、転相感あるいは使用感のいずれかが劣るものであった。具体的には、比較例1は、転相感には優れるが、乳化剤が架橋型ポリエーテル変性シリコーンのみで安定性が50℃、1M後では全く分離はみられないものの、チューブもみテストで分離を生じるものである。比較例2、3は、安定性は良好なものの、転相感に劣るものである。比較例4は、安定性、転相感は良好なものの、べたつきを生じるものである。比較例5は、転相感には優れるが、安定性に劣るものである。

【0055】

[実施例6] ボディークリーム

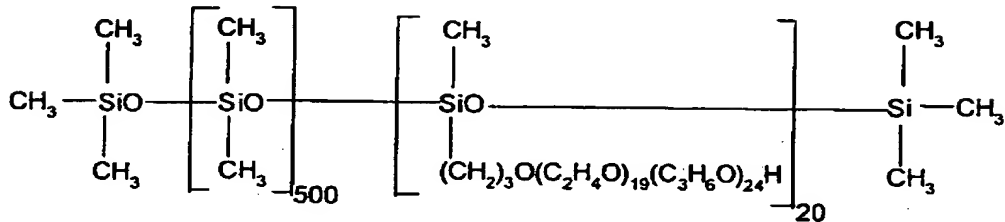
	配合量(%)
(1) ジメチルポリシロキサン (6 mPa・s)	10.0
(2) デカメチルシクロペンタシロキサン	6.0
(3) 1, 3-ブチレンジグリコール	3.0
(4) ペースト状ポリエーテル変性シリコーン組成物	2.5

[前記構造式(I)におけるl、m、nがそれぞれl=3～10、m=50、
n=2.5～4の架橋型ポリエーテル変性シリコーン100重量部を500重量部のデカメチルシクロペンタシロキサンと剪断力下で混練処理したもの]

(5) 下記構造式(VII)のポリエーテル変性シリコン組成物の オクタメチルシクロテトラシロキサン(50%溶液)	2.5
(6) イオン交換水	72.6
(7) パラベン	0.2
(8) 酸化防止剤	0.1
(9) エタノール	3.0
(10) 香料	0.1

【0056】

【化9】



構造式(VII)

【0057】

〈製法及び製品の性能〉

(1) (2) (4) (5) を混合し、予め油相混合物を調製しておく。次に、この油相混合物を高速攪拌機を用いて攪拌しながら、(3) (6) ~ (10) を混合攪拌溶解した水相混合物を室温で徐々に添加し、目的のボディークリームを得た。得られたスキนครリームは、実施例1~4と同様に使用性は○である。すなわち、皮膚に塗布した際に、瞬時に水があふれ出し、潤いを与え、しっとりとした感触を有しており、しかもべたつかない。また、経時安定性、チューブもみテストも良好なものであり、○であった。

【0058】

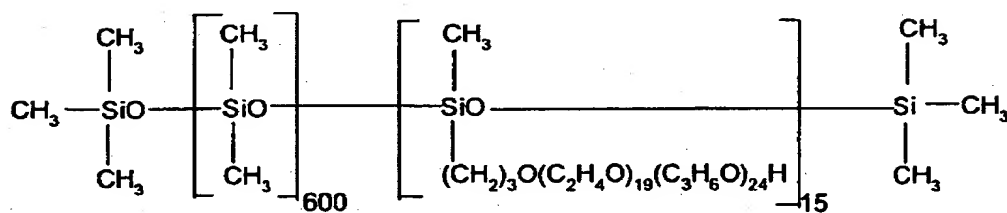
[実施例7] ヘアスタイリングクリーム

	配合量(重量%)
(1) ジメチルポリシロキサン(100mPa·s)	15.0
(2) グリセリン	5.0

- (3) ペースト状ポリエーテル変性シリコーン組成物 1. 5
(実施例 1～4 と同じもの)
- (4) ペースト状ポリエーテル変性シリコーン組成物 1. 5
[前記構造式(I)における l、m、n がそれぞれ l=10、m=30～70、n=3～5 の架橋型ポリエーテル変性シリコーン 100 重量部を 300 重量部のメタフェルシランと剪断力下で混練処理したもの]
- (5) 下記構造式(VIII)のポリエーテル変性シリコーン組成物 4. 0
のイソパラフィンの 50% 溶液
- (6) アクリル樹脂アルコールアミン液 3. 0
(商品名: プラスバックス L-53P, 互応化学(株) 社製]
- (7) イオン交換水 64. 8
- (8) エタノール 8. 0
- (9) パラベン 0. 1
- (10) 香料 0. 1

【0059】

【化10】



構造式(VIII)

【0060】

<製法及び製品の性能>

(1) (3) (4) (5) を混合し、予め油相混合物を調製しておく。次に、この油相混合物を高速攪拌機を用いて攪拌しながら、(2) (6)～(10) を混合攪拌溶解した水相混合物を、室温で徐々に添加し、目的のヘアスタイリングクリームを得た。

得られたヘアスタイリングクリームは、使用性は○、すなわち、毛髪に塗布し

た際に、瞬時に水があふれ出し、潤い、つやを与え、しっとりとした感触を有しており、しかもべたつかない。また、経時安定性、チューブもみテストも良好なものであり、○であった。

【 0 0 6 1 】

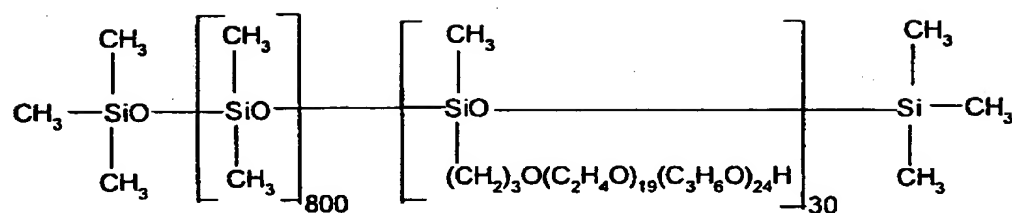
[実施例 8] W/O 型乳化型ファンデーション

配合量(重量%)

(1) ジメチルポリシロキサン(20mPa・s)	6. 0
(2) プロピレングリコール	2. 5
(3) ペースト状ポリエーテル変性シリコーン組成物	3. 5
[前記構造式(I)における l、m、n がそれぞれ l=7、m=50、 n=40 の架橋型ポリエーテル変性シリコーン100重量部を250重量部の メタクリル酸トリメチルと剪断力下で混練処理したもの]	
(4) 下記構造式(IX)のポリエーテル変性シリコーン のデカメチルシクロペンタシロキサンの40%溶液	1. 5
(5) 前記構造式(III)のポリエーテル変性シリコーン のデカメチルシクロペンタシロキサンの40%溶液	1. 5
(5) イオン交換水	77. 2
(6) エタノール	1. 0
(7) パラベン	0. 1
(8) パルミチン酸デキストリン処理二酸化チタン	5. 0
(9) パルミチン酸デキストリン処理マイカ	2. 5
(10) パルミチン酸デキストリン処理タルク	2. 5
(11) パルミチン酸デキストリン処理酸化鉄	2. 5
(12) 酸化防止剤	0. 1
(13) 香料	0. 1

【 0 0 6 2 】

【化 11】



構造式(IX)

【0063】

〈製法及び製品の性能〉

(1) (3) (4) 及び (8) ~ (11) を混合分散し、予め油相分散液を調製しておく。次に、この油相分散液を高速攪拌機（ディスパー）を用いて攪拌しながら、それに (2)、(5) ~ (13) を溶解した水相混合物を室温で徐々に添加し、目的のW/O乳化型ファンデーションを得た。

得られたW/O乳化型ファンデーションは、使用性は○、すなわち、皮膚に塗布した際に、瞬時に水があふれ出し、潤いを与え、しっとりとした感触を有しており、しかもべたつかない。また、経時安定性、チューブもみテストも良好なものであり、○であった。

【0064】

【発明の効果】

本発明は、架橋型ポリエーテル変性シリコーンの1種又は2種以上、特に架橋型ポリエーテル変性シリコーンの1種又は2種以上とシリコーン油とを剪断力下で混練処理したペースト状シリコーン組成物を使用すると共に、更に特定のポリエーテル変性シリコーンの1種又は2種以上とを組み合わせ使用した高内水相油中水型乳化化粧料を提供するものである。

【0065】

その結果、提供された本発明の化粧料は、以上の実施例及び発明の実施形態等の記載から明らかなように、毛髪あるいは皮膚に塗布した際に、瞬時に転相し、水のあふれ出し感に優れ、毛髪あるいは皮膚に潤いを与え、しっとりとし、かつべたつきがなく、しかも経時安定性、物理的刺激に対する安定性にも優れたもの

である。すなわち量産時のパイプ移送の際の油水分離回避性及び繰返し押出使用時の安定性も期待できる。以上のとおりであるから、本発明は卓越した効果を奏する化粧料である。

【書類名】 要約書

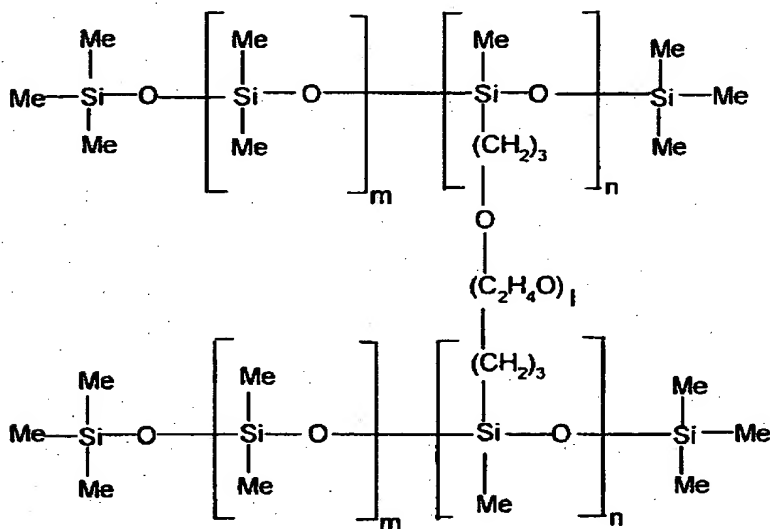
【要約】

【課題】 塗布時に瞬時に転相し、水のあふれ出し感に優れ、潤いを与え、しっとりし、かつべたつきがなく、しかも経時的安定性と共に物理的に刺激に対する安定性にも優れた高内水相油中水型乳化化粧料の提供。

【解決手段】 0.1～10.0重量%の下記成分(A)と、下記成分(B)と、他の化粧料成分とを混合し、かつ水相成分の含有量を50重量%以上とせしめて高内水相油中水型乳化化粧料を調製する。

(A) 下記構造式(I)の架橋型ポリエーテル変性シリコーンの1種又は2種以上。[ただし、下記構造式(I)において、lは3～20、mは10～200、nは1.0～10.0である。]

【化12】



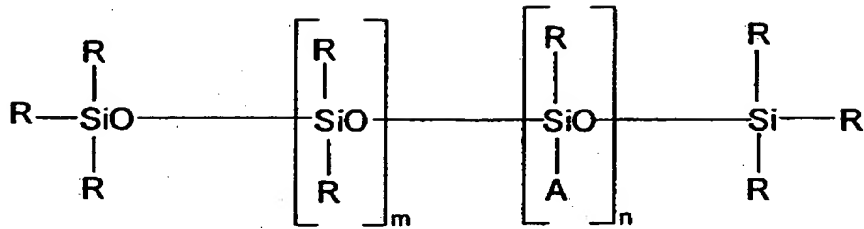
構造式 (I)

(B) 下記構造式(II)のポリエーテル変性シリコーンの1種又は2種以上。

[ただし、式中Aは一般式： $-\text{C}_3\text{H}_6\text{O}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_a(\text{C}_3\text{H}_6\text{O})_b\text{R}'$ (式中、R'は水素原子、アシル基及び炭素数1～4のアルキル基からなる群から選択される基であり、また、aは5～50であり、bは5～50である。)で示されるポリオキシアルキレン基である。Rはメチル基又はフェニル基であり、また、mは

301~1000であり、nは1~40である。]

【化13】



構造式(II)

【選択図】

なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000001959]

1. 変更年月日 1990年 8月27日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都中央区銀座7丁目5番5号

氏 名 株式会社資生堂